

L1 ANSWER 1 OF 1 WPIINDEX COPYRIGHT 2006 THE THOMSON CORP on STN
AN 1982-29230E [15] WPIINDEX
TI Sterilising compsn. - comprises mixture of biguanide series stabiliser and
polyoxyethylene alkyl ether.
DC A97 D22 E19
PA (NNSH) NIPPON SHINYAKU CO LTD
CYC 1
PI JP 57009717 A 19820119 (198215)* 5 <--
PRAI JP 1980-84435 19800620
IC A61K009-08; A61K031-77
AB JP 57009717 A UPAB: 19930915
Sterilising compsn. with enhanced sterilising power comprises mixture of
biguanide series steriliser and polyoxyethylene alkyl ether. Biguanide
series sterilise may be chlorohexyidine organic acid salt or
polyhexamethylene biguanidine hydrochloride. The alkyl part of
polyoxyethylene alkyl ether may originate from prim. or sec. alcohol of
above 6C.
There is no deactivation of the biguanide steriliser and good
activity may be obtd. on dilution with water and a potentiation effect is
realised.
FS CPI
FA AB
MC CPI: A10-E08A; A12-V03C; D09-A01A; E10-A17; E10-H01

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁 (JP)
 ⑩ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
 昭57-9717

⑥ Int. Cl.
 A 61 K 31/77
 / A 61 K 9/08
 (A 61 K 31/77
 31/15S)

識別記号
 ADZ

厅内整理番号
 6617-4C
 7057-4C
 6408-4C

③公開 昭和57年(1982)1月19日
 発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 5 頁)

④殺菌用組成物

①特 願 昭55-84435

②出 願 昭55(1980)6月20日

③発明者 森一雄
 京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
 14番地日本新薬株式会社内
 ④発明者 沢田玄道
 京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
 14番地日本新薬株式会社内
 ⑤発明者 星野俊之
 京都市南区吉祥院西ノ庄門口町

14番地日本新薬株式会社内

⑥発明者 丸尾重昭
 京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
 14番地日本新薬株式会社内

⑦発明者 新堀祐
 京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
 14番地日本新薬株式会社内

⑧出願人 日本新薬株式会社
 京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
 14番地

⑨代理人 弁理士 片岡宏

明細書

1. 発明の名称

殺菌用組成物

2. 特許請求の範囲

- (1) ピタニアード系殺菌剤とポリオキシエチレンアルキルを混合してなる殺菌力に相乗作用を有する殺菌用組成物。
 (2) ピタニアード系殺菌剤が、クロルヘキシジン有機銀塩である特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。
 (3) ピタニアード系殺菌剤がポリヘキサメチレンピタニアード系銀塩である特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。
 (4) ポリオキシエチレンアルキルエーテルのアルキル部が炭素数6以上の一級アルコール由来のものである特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。
 (5) ポリオキシエチレンアルキルエーテルのアルキル部が炭素数6以上の二級アルコール由来のものである特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。

3. 発明の詳細な説明

本発明はピタニアード系殺菌剤に非イオン界面活性剤ポリオキシエチレンアルキルエーテルを混合した殺菌用組成物に関し、更に詳述すれば、ピタニアード系殺菌剤の失效がなく、また、上水、井水、硬水等の通常使用される水で希釈しても、その効力を良好に發揮し、をしかつその殺菌力に相乗効果を有する殺菌用組成物に関する。

従来ピタニアード系殺菌剤は、例えば、クロルヘキシジンは口腔用、皮膚消毒用あるいは院内消毒用として医療用に使用され、ポリヘキサメチレンピタニアード系殺菌剤として工業用の殺菌、消毒に用いられてきた。これらピタニアード系殺菌剤は抗菌スペクトルが広く、アラバム性菌の両者によく効力を發揮し、また、その殺菌作用も強く非常に有効性の高い殺菌剤として知られている。

これらピタニアード系殺菌剤は、その性質がカテオニ性の殺菌剤であることから、単体で用いた場合に種々の欠点があり、例えばグルコン酸クロルヘキシジンのどどきは通常希釈して使用するが、この場合水道水、井水等の一般的に使用される水で希釈すると、水の中に存在する硫酸根、リン酸根等の陰イオンと反応して沈殿物を生成し、その殺菌力が著しく低下する。このため殺菌剤の希釈に際しては精製水を使用せねばならず、はなはだしく使用場所等が制限される。あるいは蛋白質等が存在すると失活する場合が多く、このため必要以上に大量の殺菌剤を使用せねばならぬことが多くみられる。このためピ

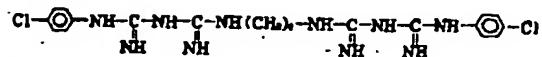
グニアード系殺菌剤を環境衛生用殺菌剤として食品工場等に使用した場合、工場の汚水処理工程における活性汚泥などに悪影響を及ぼすことが知見されている。これらの点を改良するため、一部親水性の高い界面活性剤を併用することもあるが、逆にこれら界面活性剤のために殺菌剤そのものが失活するという現象も多々認められ、必ずしも充分な微生物抑制および殺菌作用を有効に発揮できるまでは至っていない。本発明者は、上記事情に鑑み通常使用される井水、硬水、上水等の水で希釈が可能で、また、ビグニアード系殺菌剤そのものの効力を失活させることなく、より有効に殺菌剤を利用出来ることに鑑みて、創意研究を重ねた結果、ビグニアード系殺菌剤にポリオキシエチレンアルキルエーテル系の非イオン界面活性剤を配合することにより、ビグニアード系殺菌剤が失活することなく、逆に界面活性剤との間にかいて、その殺菌力に相乗効果が生じて、実使用例において少量の殺菌剤の使用量で充分な効力を発揮することを知見し、本発明をまずに述べたものである。

以下、本発明につき詳しく説明する。

本発明に係わる殺菌用組成物のうちビグニアード系殺菌剤とは通常クロルヘキシジン、およびポリヘキサメチレンビグニア

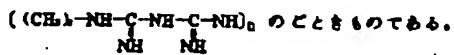
特開昭57-9717(2)

ジンと称されるものであり、クロルヘキシジンは基本的には、



の骨格を持ち、これにグルコン酸、塩酸、酢酸などが付加されたものが用いられる。

また、ポリヘキサメチレンビグニアジンは塩酸塩が多く用いられ、その基本構造は



そして本発明では前記ビグニアード系殺菌剤に、下記の一式(1)で示されるポリオキシエチレンアルキルエーテルが配合される。



R: アルキル基 m: 3~40の整数

上述一式(1)中のアルキル基Rは炭素数6以上の高級アルコール由来のものと/orしており、これは1級アルコールまたは2級アルコール由来いずれでもよく、また、ケトンなど天然物由来、あるいは合成品由来のいずれの高級アルコールを使用して合成されたポリオキシエチレンアルキルエーテルでも通している。

特に好ましく利用出来るアルキル基としては、ラクリル基、トリセチル基、トリデシル基、あるいは炭素数12~16のアルキル基が混合したものが良好な結果が得られる。これらポリオキシエチレンアルキルエーテルが、ビグニアード系殺菌剤と混合する場合の比率の問題であるが、殺菌剤そのものの濃度によって変動するものであるが、少なくとも、ビグニアード系殺菌剤1重量に対し、ポリオキシエチレンアルキルエーテル0.2重量以上の濃度が必要であり、好ましくは、ビグニアード系殺菌剤1重量に対し、ポリオキシエチレンアルキルエーテル1~3重量配合することが各種微生物に対する最低殺菌濃度が低下し、殺菌力が向上するとともに、井水、硬水、水道水などの一般に使用される水を用いて本発明物質を希釈しても沈殿物も生成されず、また界面活性剤の導入によって殺菌成分が不活性化されることもなく、有効に利用され、充分なる殺菌力を有し、細菌に対する殺菌効力はビグニアード系殺菌剤のみを使用した場合にくらべ2~5倍向上することから、実使用例においては殺菌剤の使用量が少くとも有効な殺菌効力をあらわし、ひいては活性汚泥などに与える影響も少なく、また、自然界に与える影響も減少し、社会的に充分有用であることが認識されるものである。

次に実施例を示し、本発明の特徴を具体的に説明する。

尚、以下の殺菌力テストは供試殺菌剤と各菌株を所定希釈倍液中で5分間振盪させ、倍はフェノール係数を算出する際の方法に準じて行なった。

実施例1

グルコン酸クロルヘキシジン5%(W/V)および第1表に示されるポリオキシエチレンアルキルエーテル系界面活性剤がそれぞれ15%(W/V)になるよう精製水を用いて殺菌用組成物を調製した。このものの大腸菌(*Escherichia coli* K-12 OUT 8601)に対する殺菌力をテストを行ない、各成分の殺菌力の強度を検討したところ以下の結果を得た。

第 1 表

界面活性剤 希釈倍率	5%グルコン酸クロルヘキシジン						
	トリセチル	トリデシル	セテル	オレイル	ラウリル	アルコールエーテル (C ₁₂ ~C ₁₄ 混合物)	界面活性 度
200	-	-	-	-	-	-	-
500	-	-	-	-	-	-	-
750	-	-	-	-	-	-	+
1000	-	+	+	+	-	-	+
1250	-	-	+	+	-	-	+
1500	-	-	+	+	-	-	+
1750	+	+	+	+	+	+	+
2000	+	+	+	+	+	+	+

+: ポリオキシエチレンアルキルエーテルのアリル基
=: グルコン酸クロルヘキシジンのみ

+: 菌の発育有り

-: クリーニング

例、ポリオキシエチレンアルキルエーテルだけでは 200 倍希釈にて菌の発育が認められる。

以上の結果から明らかのように 5%グルコン酸クロルヘキシジンだけの場合は、その殺菌力は 500 倍まで有効であるが、それぞれ各種ポリオキシエチレンアルキルエーテルを 1%配合した場合の場合は、その殺菌力に相乗効果が認められ、有効希釈倍数が大幅に上昇し、ポリオキシエチレントリデシルエーテル、ポリオキシエチジントリセチルエーテルおよびポリオキシエチレン高級アルコールエーテル (C₁₂~C₁₄混

特開昭57-9717(3)

合物)では、有効最大希釈倍数が 1500 倍まで上昇していることが知見された。

実施例 2

グルコン酸クロルヘキシジン 5% およびポリオキシエチレン高級アルコールエーテル (C₁₂~C₁₄の混合物) を各 1, 4, 8, 12, 15, 20% になるに精製水を用いて殺菌剤液物を調製した。グラム陽性菌である枯草菌 (Bacillus subtilis PCI-219) ブドウ球菌 (Staphylococcus aureus PDA 209p) またグラム陰性菌である大腸菌 (Escherichia coli K-12 OUT8401) に対してそれぞれ殺菌力テストを行い、最大有効希釈倍数の殺菌剤濃度とその時の希釈液中の界面活性剤濃度についてまとめたところ、図-1 の結果を得た。

図-1 にみられるように菌種によって多少の差はあるがグラム陰性菌、グラム陽性菌にかかわらず、ほぼ同一の傾向が認められ、供試殺菌剤原液中の界面活性剤濃度が 1~8% 位までは有効最大希釈倍数中の殺菌剤濃度が急激に減少し、殺菌力に対する相乗作用があることが示されており、同じく 10% 以上の界面活性剤濃度になると、相乗作用が増大する傾向はあるがその程度は少ない。

一方、有効最大希釈倍数中の界面活性剤濃度は殺菌剤原液中

の界面活性剤濃度が 8% 以上になるとほぼ一定になり、このことは、殺菌剤原液中の界面活性剤濃度がある濃度以上になつても相乗作用にそれほど寄与していないことをあらわしている。

実施例 3

ポリヘキサメタレンビグアニジン塩酸塩 5% およびポリオキシエチレントリデシルエーテルをそれぞれ 4, 8, 20% なるよう精製水で殺菌剤液物を調製した。界面活性剤が全く入らないものを対照として、このものの大腸菌 (Escherichia coli K-12 OUT8401) に対する殺菌力試験を行なった。結果を第 2 表に示す。

第 2 表

界面活性剤 希釈倍率	5%ポリヘキサメタレンビグアニジン			
	(对照) 0%	4%	8%	20%
200	-	-	-	-
500	-	-	-	-
750	+	-	-	-
1000	+	+	-	-
1250	+	+	+	-
1500	+	+	+	-
1750	+	+	+	+
2000	+	+	+	+

+: 菌の発育有り

-: クリーニング

第 2 表でも明らかのようにビダニアード系殺菌剤ポリヘキサメタレンビグアニジンにおいてもポリオキシエチレンアルキルエーテル系の界面活性剤を配合すると、その殺菌力に明らかに相乗効果が認められる。

実施例 4

グルコン酸クロルヘキシジン 5% (W/V)、およびグルコン酸クロルヘキシジン 8% (W/V) にポリオキシエチレントリデシルエーテルを各 4, 7, 10, 15% (W/V) なるよう

特許57-9717(4)

それぞれ精製水を用いて表面用組成物を調製した。これら各表面用の硬水に対する沈殿物生成の挙動を検討した。結果を図-2に示す。

上記各表面剤をそれぞれ125倍希釈し、その2倍に所定濃度の硬水 ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 4.37 g/100 mlでドイク硬水1000に相当する) 2 mlを加え、充分に混合して24時間以上静置し、結晶を完全に生成させる。

この各濃度の上清液0.5 mlをとり、精製水で5倍に希釈した後253 nmにかける吸光度 (O.D.=) を測定する。

即ち結晶沈殿をかった残りのグルコン酸クロルヘキシジン量を定量したことになる。

図-3にもみられるように表面剤に界面活性剤を混入すると、明らかに硬水に対して沈殿防止作用が認められ、表面用原液中に界面活性剤を10%以上配合すると、かなり程度の高い硬水中でも充分なる沈殿生成防止作用が認められた。

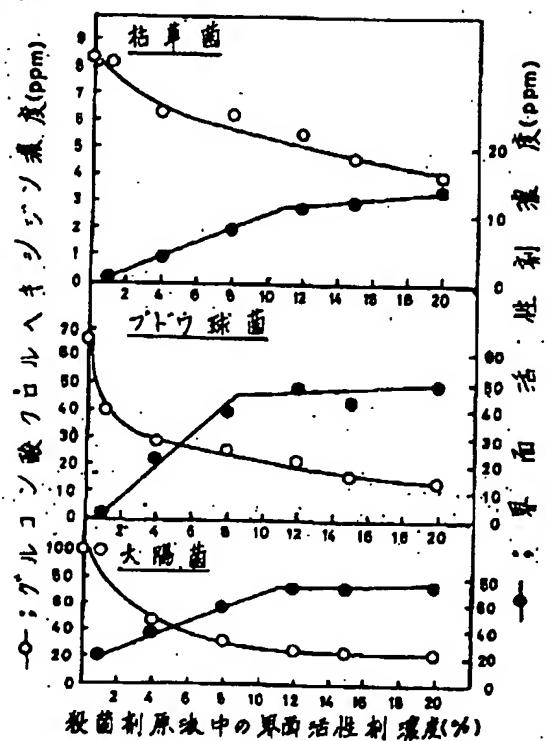
4. 図の簡単な説明

図-1は表面用組成物の濃度に対する最大有効希釈倍時にかかる界面活性剤濃度と表面活性剤濃度との関係を示す。

図-2は硬水と表面用組成物との沈殿生成の関係を示す。

以上

図-1



特許昭57-9717(5)

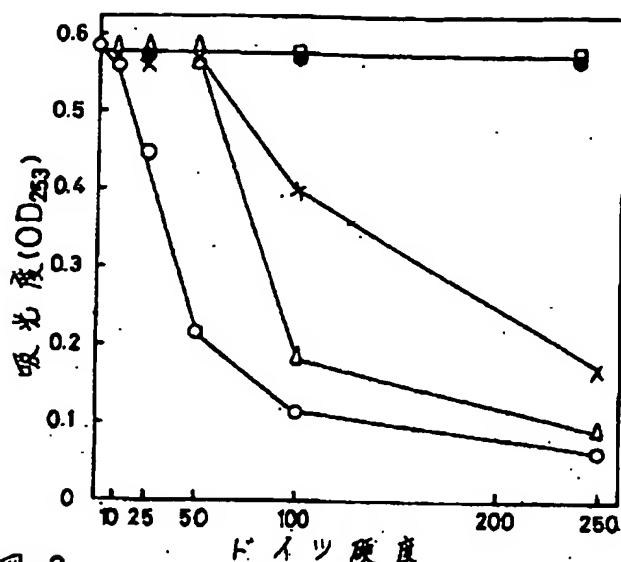


図-2

- : 0 % ポリオキシエチレン [含む、5% グルコン酸]
- △ : 4 % トリデシルエーテル [クロルヘキシジン]
- × : 7 %
- : 10 %
- : 15 %

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.